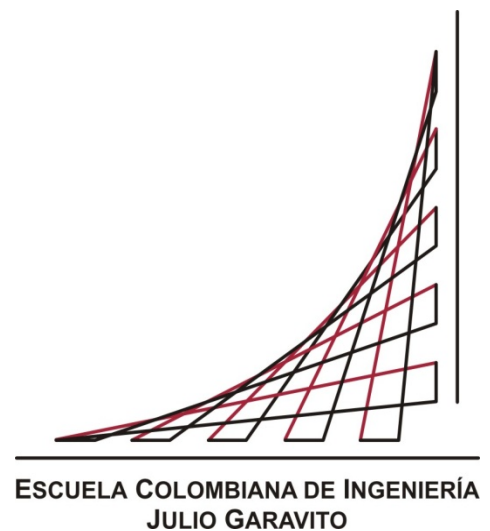


METALOGRAFÍA

PROTOCOLO

CURSO DE MATERIALES

EDICIÓN 2011 – II
FACULTAD DE INGENIERÍA INDUSTRIAL
LABORATORIO DE PRODUCCIÓN



ESCUELA COLOMBIANA DE INGENIERÍA
JULIO GARAVITO

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	3
OBJETIVOS.....	3
INSTRUCCIONES DE SEGURIDAD	3
1. ASIGNACIÓN DE TIEMPOS	4
1.1 CONOCIMIENTO SOBRE LA METALOGRAFÍA	4
1.2 PRÁCTICA	4
2. MARCO TEÓRICO	5
2.1 HISTORIA	5
2.2 GENERALIDADES SOBRE LA METALOGRAFÍA.....	5
2.2.1 ANÁLISIS MACROSCÓPICO.....	6
2.2.2 ANÁLISIS MICROSCÓPICO	6
2.3 ENSAYO DE METALOGRAFÍA	13
2.3.1 SECCIONAR	13
2.3.2 MONTAJE DE LA MUESTRA.....	13
2.3.3 PREPARACIÓN DE LA SUPERFICIE.....	14
2.3.4 ATÁQUE QUÍMICO	14
3. EQUIPOS	16
3.1 MICROSCOPIO METALOGRAFÍCO	17
3.2 PULIDORA	¡Error! Marcador no definido.
4. DESARROLLO DE LA PRÁCTICA.....	18
5. FORMATO PARA LA TOMA DE DATOS.....	21
BIBLIOGRAFÍA	23

INTRODUCCIÓN

Entre las disciplinas que se encargan del estudio de estructuras en materiales encontramos la metalografía. El documento muestra información básica sobre metalografía, partiendo de su historia, pasando por el concepto, aplicaciones, uso de equipos hasta el desarrollo de la práctica en el laboratorio.

- Desarrollar la capacidad para diferenciar entre muestras de diferentes materiales.
- Realizar un análisis completo sobre microestructuras
- Entender la importancia y uso adecuado de los instrumentos de seguridad en la práctica.

OBJETIVOS

- Comprender el concepto de metalografía.
- Comprender los requerimientos para el desarrollo de la práctica de metalografía.
- Conocer los pasos para el desarrollo de la práctica de metalografía.
- Conocer el uso del microscopio metalográfico y la pulidora.

INSTRUCCIONES DE SEGURIDAD

- Seguir las instrucciones del profesor en todo momento.
- Usar guantes, gafas de seguridad y cofia (estudiantes con cabello largo) cuando se trabaje con la pulidora.
- Conocer el funcionamiento de los equipos antes de interactuar con los mismos.
- No debe haber contacto directo con algún tipo de químico. Portar tapabocas, guantes de látex y gafas en todo momento.

1. ASIGNACIÓN DE TIEMPOS

1.1 CONOCIMIENTO SOBRE LA METALOGRAFÍA

TEORÍA	TIEMPO (min)
Instrucciones de seguridad para el bienestar de los usuarios	2
Explicaciones generales acerca de la metalografía	5
Explicación sobre el ensayo de metalografía	5
Explicación del funcionamiento del microscopio	5
Explicación del funcionamiento de la pulidora	3
TOTAL	20

1.2 PRÁCTICA

PRÁCTICA	TIEMPO (min)
Pulimento de probetas con lijas de 400, 600 o 1000.	10
Pulimento final con paños de alúmina	20
Ataque químico y limpieza de la probeta	10
Montaje de probetas en microscopio	5
Explicación sobre los requerimientos del informe	15
TOTAL	60
TOTAL PRÁCTICA	80

2. MARCO TEÓRICO

2.1 HISTORIA

Henry Clifton Sorby, padre de la metalografía, fue el primero en examinar bajo el microscopio una muestra metálica correctamente preparada en el año de 1863. La observación de metales por medio de microscopios es aproximadamente dos siglos más tardía que la de muestras biológicas, esto se debe a la dispendiosa preparación que requieren las mismas (1).

2.2 GENERALIDADES SOBRE LA METALOGRAFÍA

La **metalografía** es una disciplina de la ciencia que se encarga de examinar y determinar los componentes en una muestra de metal, haciendo uso de

Varios niveles de magnificación que pueden ir desde 20x hasta 1'000.000x (1). También se conoce como el proceso entre la preparación de una muestra de metal y la evaluación de su microestructura (2).

La figura 1 muestra el intervalo en tamaño, para el cual es posible observar ciertas microestructuras típicas en materiales. El estudio de metalografía comprende en gran parte la observación de granos, la dirección, el tamaño y la composición de los mismos; estas microestructuras pueden ser observadas en un rango entre 10^{-8}m y 10^{-2}m . El estudio de metalografía puede integrarse

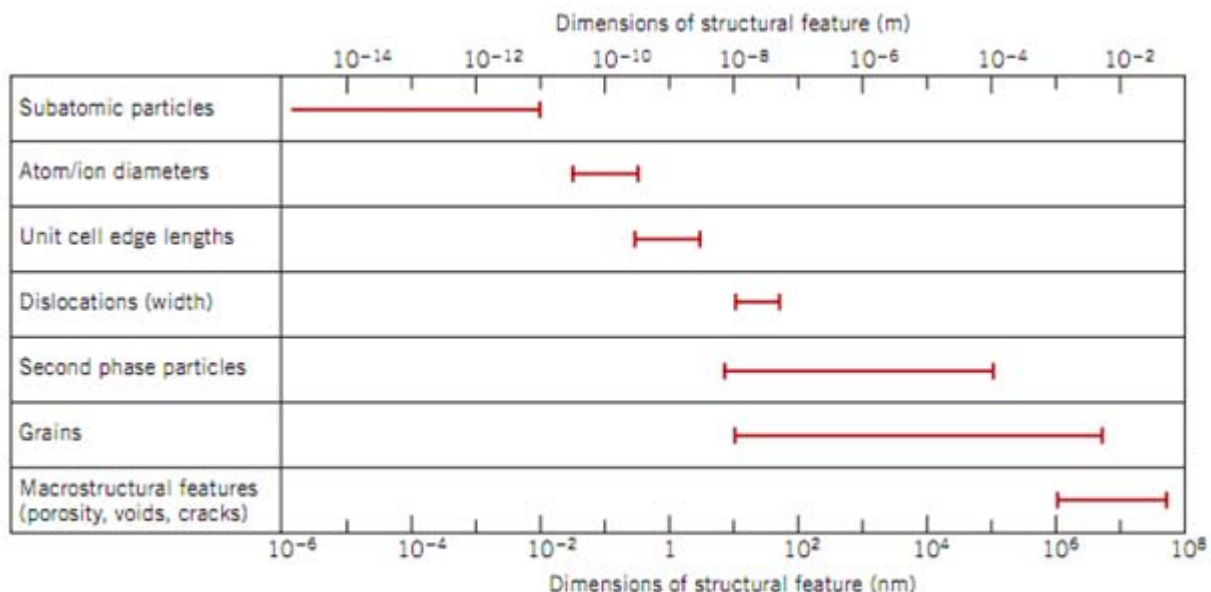


Figura 1: Diferentes rangos de tamaños para estructuras típicas en materiales (3).

en dos subdivisiones: Análisis macroscópico y Análisis microscópico.

2.2.1 ANÁLISIS MACROSCÓPICO

El análisis macroscópico es aquel que se puede realizar a simple vista, es decir sin necesidad de microscopio (4). El rango de tamaño como se puede ver en la Figura 1 inicia en 10^{-3}m en adelante. El análisis macroscópico se puede usar en:

- Líneas de flujo en materiales forjados.
- Capas en herramientas endurecidas por medio de tratamiento térmico.
- Zonas resultado del proceso de soldadura.
- Granos en algunos materiales con tamaño de grano visible (1).
- Marcas de maquinado.
- Grietas y ralladuras.
- Orientación de la fractura en fallas.

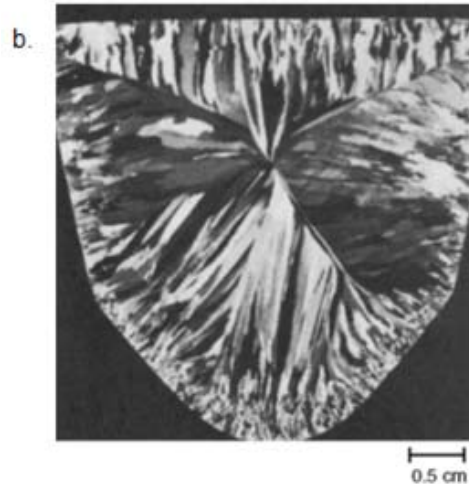
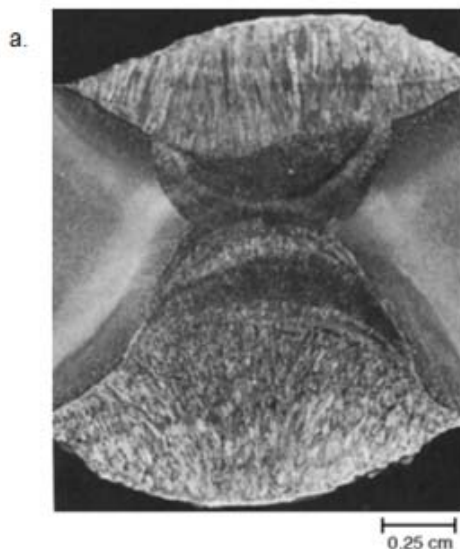


Figura 2: (a) Sección a través de un arco de soldadura a tope. (b) Macroestructura, muestra de un lingote de aluminio aleado (1).

2.2.2 ANÁLISIS MICROSCÓPICO

Aquel tipo de análisis que no se puede realizar a simple vista, (menor a 10^{-3}m). Observar las estructuras microscópicas en materiales ayuda a comprender el comportamiento de los mismos. El análisis microscópico se puede usar en:

- Tamaño de grano.
- Límites de grano y dislocaciones.
- Análisis microestructural.
- Distribución de fases en aleaciones (1).

Para comprender el análisis microscópico es necesario tener claridad sobre el concepto de grano y el funcionamiento del microscopio metalográfico.

2.2.2.1 GRANOS

Los metales son materiales de estructura policristalina, este tipo de materiales están compuestos por una serie de pequeños cristales los cuales se conocen convencionalmente como **granos** (3). Cada tipo de grano desde su concepción obtiene diferentes características físicas, por ejemplo, la orientación del mismo y la rugosidad en la superficie.

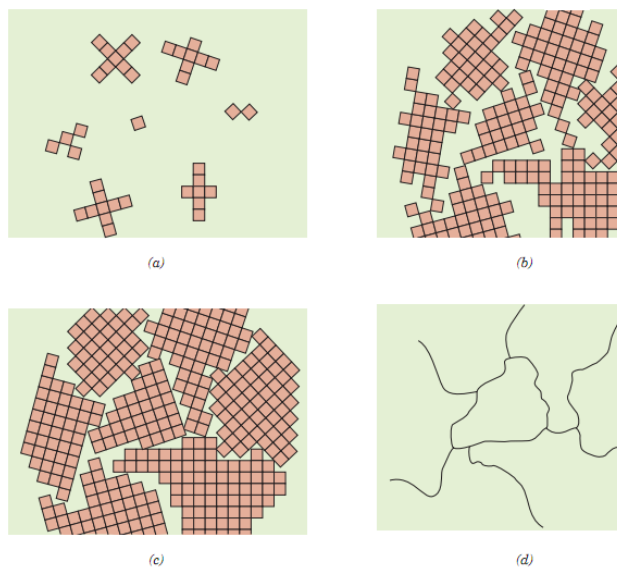


Figura 3: Formación de granos por solidificación (3).

La figura muestra la formación de granos. (a) Se muestran los pequeños cristales iniciales dentro de la formación. (b) Los pequeños cristales crecen y se agrupan con otros cercanos. (c) Formación de granos completos. (d) Representación de los granos vistos en el microscopio (3).

2.2.2.2 MICROSCÓPIO

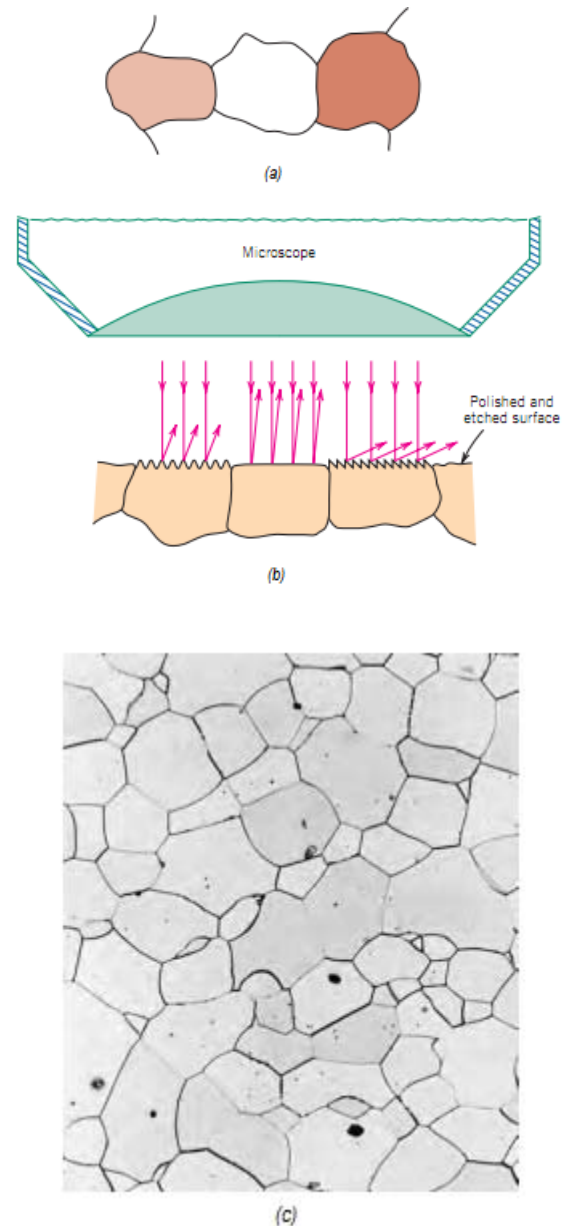


Figura 4: Funcionamiento de un microscopio metalográfico (3).

La figura 4 muestra el funcionamiento de un microscopio **óptico reflexivo**. Los microscopios ópticos funcionan básicamente por medio de la

combinación entre el sistema óptico y la iluminación. Como se puede ver en la parte (a) de la figura 7 se muestran 3 granos, todos de diferente color, lo que indica que poseen una microestructura diferente. En la parte (b) de la figura 7 se muestran los mismos tres granos que como se nota, poseen superficies dirigidas en diferentes ángulos; la diferencia entre la dirección que toman los haces de luz proyectados sobre dichas superficies, refleja contrastes sobre la lente creando la imagen que podemos observar en el microscopio, parte (c). Adicionalmente los átomos en los límites de grano son más reactivos durante el ataque químico y se disuelven en mayor cantidad que el grano mismo, por ello la reflexividad cambia y se acrecienta su visibilidad (3).

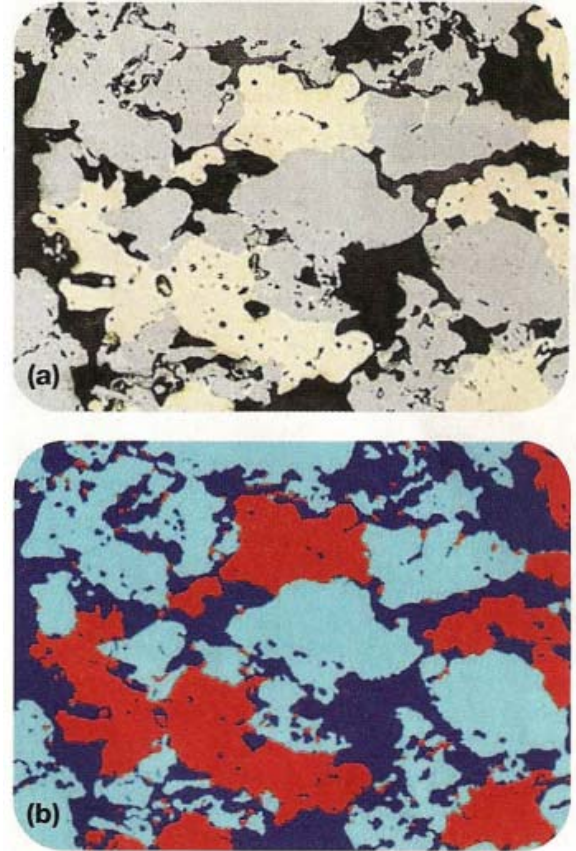


Figura 5: (a) Polvo de metal compuesto por acero y cobre. (b) El polvo ha sido rociado con químicos colorantes; en la figura tenemos, acero de color azul, cobre de color rojo y porosidades de color azul oscuro (5).

Las siguientes tablas muestran la microestructura de algunas aleaciones ferrosas.



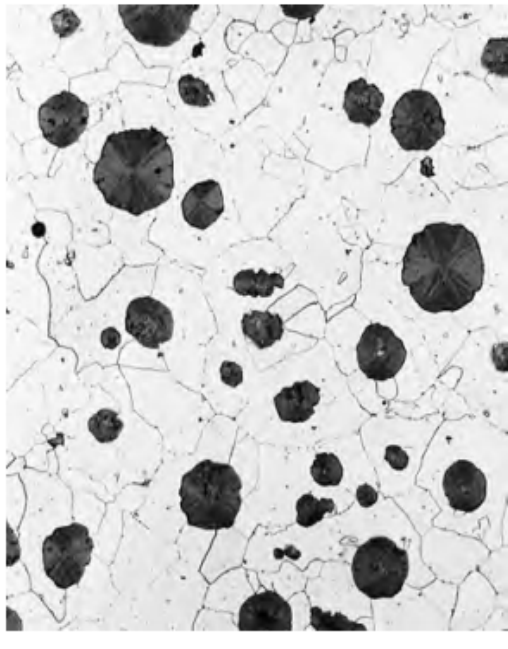
HIERRO BLANCO	HIERRO GRIS	HIERRO NODULAR O DÚCTIL
		
Las regiones blancas muestran cementita rodeadas por perlita, que posee una estructura laminar de ferrita y cementita. 500x.	Copos de grafito (color negro) dentro de una matriz ferrítica. 400x.	Nódulos de grafito (color negro) dentro en una matriz ferrítica. 200x.

Tabla 1: Imágenes sobre hierros típicos (3).

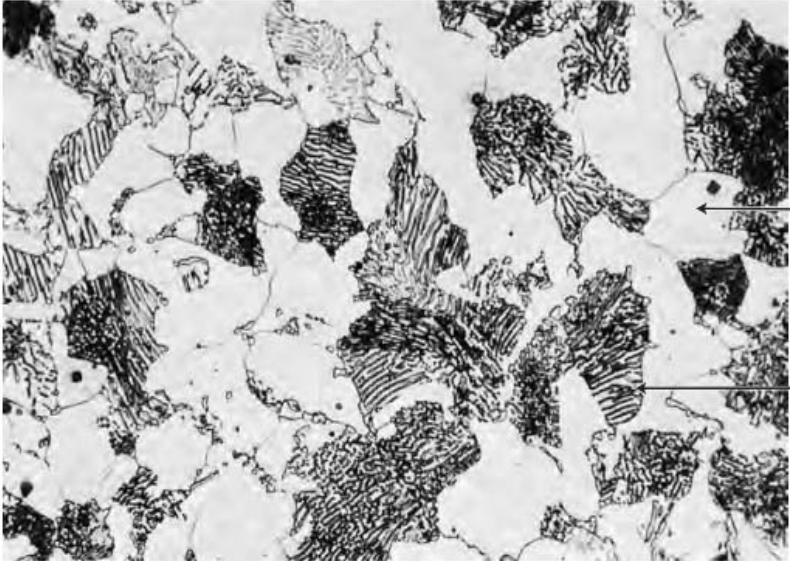

ACERO HIPOEUTECTOIDE	ACERO PROEUTECTOIDE
 <p>Proeutectoid ferrite</p> <p>Pearlite</p>	 <p>Proeutectoid cementite</p> <p>Pearlite</p>
<p>Acero con concentración 0.38%C, microestructura perlítica y ferrita proeutectoide.</p>	<p>Acero con concentración 1.4%C, microestructura perlítica y cementita (color blanco) proeutectoide.</p>

Tabla 2: Imágenes de aceros hipoeutectoide y proeutectoide (3).



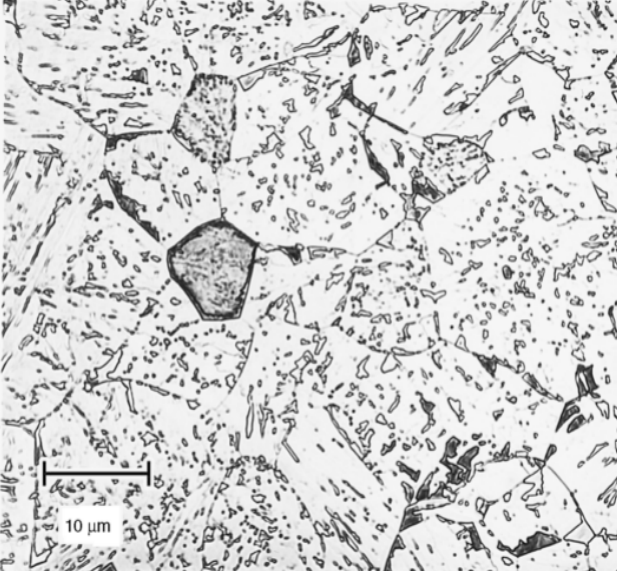
PERLITA GRUESA	PERLITA FINA	BAINITA
 <p>(a)</p>	 <p>(b)</p>	 <p>Bainita granular, mostrando islas de Martensita (color negro) y austenita (color blanco) en un matriz de ferrita. 1000x.</p>

Tabla 3: imágenes sobre perlita gruesa, fina y bainita (3).

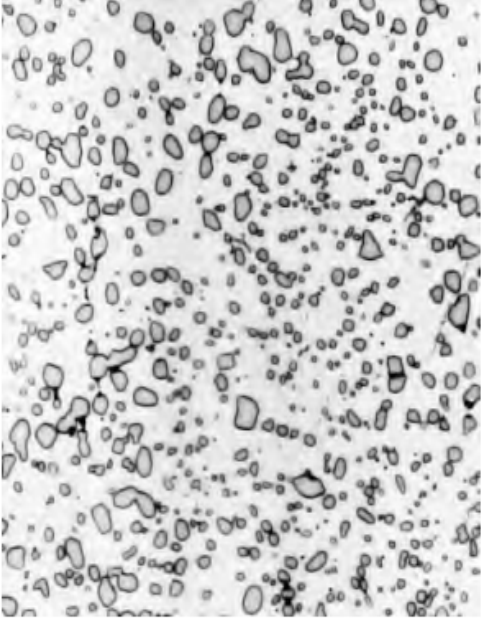

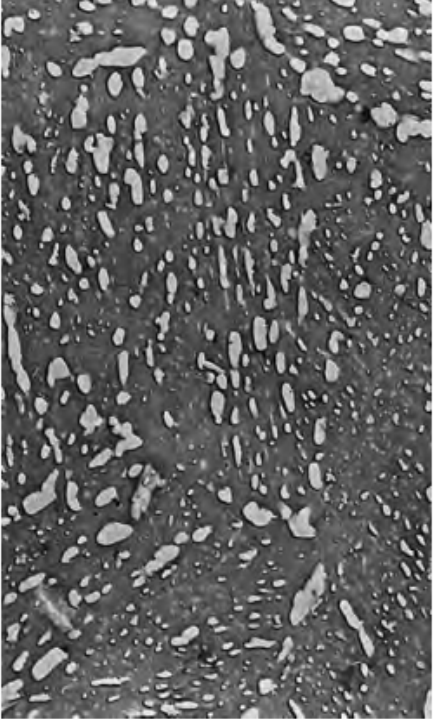
ACERO ESFEROIDAL	MARTENSITA	MARTENSITA REVENIDA
		
Matriz ferrítica con pequeñas partículas de cementita. 1000x.	Microestructura martensítica, granos con forma de agujas en una matriz austenítica. 1220x.	Martensita revenida a 594°C. Matriz ferrítica con pequeñas partículas de cementita. 9300x.

Tabla 4: Imágenes de aceros: esferoidal, martensítico y Martensita revenida (3).

2.3 ENSAYO DE METALOGRAFÍA

La **preparación de una muestra** consiste en los pasos necesarios para poder analizar la misma de forma correcta. Específicamente se describen a continuación, los pasos para la preparación de muestras observadas en microscopio.

2.3.1 SECCIONAR

Consiste en remover una muestra del material analizado, teniendo en cuenta las convenciones en tamaño y qué tan representativa es dicha porción del total a analizar. Este primer paso es usado para otras prácticas además de la metalografía, por ejemplo, ensayos de dureza (1).

2.3.2 MONTAJE DE LA MUESTRA

Consiste en proporcionar una base que sostenga la muestra, lo anterior brinda facilidad de uso. Por ejemplo, en la manipulación de especímenes pequeños o cortantes.

Es importante tener en cuenta que, antes de realizar el montaje se debe **limpiar** la muestra según su naturaleza. Por ejemplo, muestras con óxido (el cual no es objeto de estudio) deben ser limpiadas químicamente, por otro lado la limpieza física es adecuada y casi siempre necesaria (1).

Tipos de montaje:

MONTAJE MECÁNICO: Montaje en abrazaderas de diferentes tipos. Es un tipo de montaje sencillo, pues no requiere maquinaria especializada.

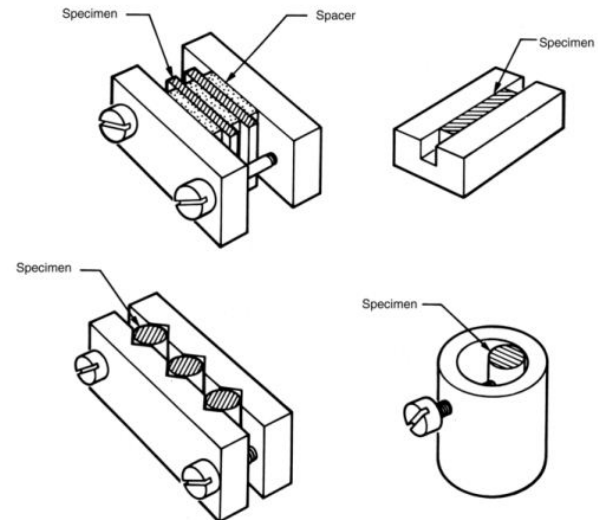


Figura 6: Tipos de montajes mecánicos (1).

MONTAJE EN PLÁSTICO: Es el tipo de montaje más usado. Básicamente se usan dos formas para montaje en plástico:

- **Moldeo por compresión o montaje en caliente:** Requiere de calor, presión y por tanto algún tipo de prensa especializada.
- **Montaje en frío:** Se realiza vertiendo encima de la muestra, dos mezclas líquidas poliméricas que se solidifican al reaccionar a temperatura ambiente.

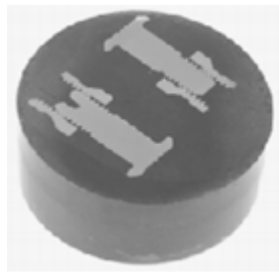
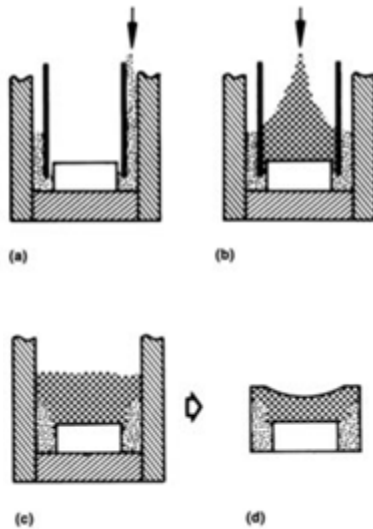


Figura 7: Tipo de montaje en frío, los dos tipos de puntos representan diferentes plásticos (1).

2.3.3 PREPARACIÓN DE LA SUPERFICIE

Durante el montaje de muestras generalmente el objeto de estudio es solamente una superficie, los tipos de preparación son:

- **MAQUINADO:** Uso de herramientas con filos de diferentes formas, ejemplo torneado y fresado.
- **RECTIFICADO Y ABRASIÓN:** Arreglo de **partículas abrasivas** fijas que actúan como herramientas de corte.
- **PULIMENTO:** Arreglo de partículas abrasivas suspendidas entre las fibras de un paño (1).

Para la preparación de superficies típicamente se utiliza una secuencia de maquinado o rectificado y luego de pulimento. La operación se compone de distintas etapas que van incrementando su fineza para proporcionar un mejor acabado (1).

2.3.4 ATÁQUE QUÍMICO

Luego de la última pasada de pulimento, la superficie es tratada químicamente. El ataque químico es un proceso de corrosión controlada de la muestra, se realiza sumergiendo la superficie en algún tipo de **solución** adecuada. La solución química usada depende del material que compone la muestra, la temperatura y tiempo del ataque, el efecto deseado en la superficie entre otros (1). La siguiente tabla muestra soluciones químicas para realizar el ataque en algunos metales típicos.

METAL	SOLUCIÓN QUÍMICA	COMENTARIOS
Aluminio	60ml H ₂ SO ₄ 30ml H ₃ PO ₄ 10ml HNO ₃	Usar a 100°C de 2 a 5 min
	70ml H ₃ PO ₄ 15ml ác. Acético 15ml Agua	Usar de 100°C a 120°C por 2 a 6 min
Cobre	6ml HNO ₃ 65ml ác. Acético 27ml H ₃ PO ₄	Pulir hasta lija 600 y sumergir a 60°C por 1 min
	80ml H ₂ SO ₄ 20ml HNO ₃ 1ml HCl 55-60g CrO ₃ 200ml Agua	Usar de 20°C a 40°C por 1 a 3 min. Eficaz con aleaciones también.
Hierros	70ml H ₂ O ₂ (30%)	Usar de 15°C a 25°C
Hierro, aleaciones con bajo contenido de Carbono	30ml HNO ₃ 70ml HF 300ml agua	Usar a 60°C
	25g ác. Oxálico 10ml H ₂ O ₂ 1gota de H ₂ SO ₄ 1000ml de agua	Pulir hasta lija 600 y sumergir a 20°C
	3 partes de H ₃ PO ₄ 1 parte de H ₂ SO ₄ 1 parte de HNO ₃	Usar a 85°C
Aceros al carbono	90ml H ₂ O ₂ (30%) 10ml Agua 15ml H ₂ SO ₄	Usar de 25°C de 2 a 5 min
Acero inoxidable	Agregar por peso 30% HCL 40% H ₂ SO ₄ 5.5% tetracloruro de titanio 24.5% Agua	Usar por inmersión de 70°C a 80°C de 2 a 5 min

Aceros	<p>Solución A</p> <p>3 partes de H₂O₂ (30%) 10 partes agua 1 parte HF</p>	<p>Concentraciones mayores a 0,3% C: Pulir hasta lija 150, sumergir en solución A de 15 a 25 segundos, lavar con agua, limpiar con solución B en algodón, lavar con agua y secar.</p>
	<p>Solución B</p> <p>1 parte H₃PO₄ 15 partes agua</p>	<p>Concentraciones entre 0.15 y 0.3% C: Pulir hasta lija 320 y sumergir en solución A de 12 a 18 segundos, luego realizar proceso de limpieza indicado anteriormente.</p> <p>Concentraciones menores a 0.15% C: Pulir hasta lija 600 Sumergir en solución A de 3 a 5 segundos, luego realizar proceso de limpieza indicado anteriormente.</p>

Tabla 5: Soluciones químicas de acabado (1).

Adicionalmente se presentan dos químicos comunes para el acabado final de las muestras en aleaciones ferrosas en la siguiente tabla.

SOLUCIÓN	COMPOSICIÓN	EFEECTO
PICRAL	Ácido pícrico 4 g Alcohol etílico 100 ml	Revelar límites de grano de austenita en estructuras martensíticas. Ennegrecer perlita.
NITAL 2%	Ácido nítrico 2ml Alcohol etílico 110 ml	Realzar la interface entre los carburos y la matriz. Ennegrecer perlita.

Tabla 6: Soluciones típicas para el tratamiento de aceros (6) (7).

1. EQUIPOS

A continuación se muestra el equipo usado para el desarrollo de la práctica.

3.1 MICROSCOPIO METALOGRÁFICO

El microscopio metalográfico es la herramienta que permite ver de forma clara y magnificada las probetas destinadas para la práctica. Las partes del microscopio son:



Figura 8: Microscopio metalográfico invertido GX41 OLYMPUS (7).

- | | |
|---|---|
| 1. Interruptor de encendido. | 4. Platina: Sobre ella se arreglan las probetas. |
| 2. Perilla control de iluminancia: Controla la cantidad de lux que iluminan la muestra. | 5. Portador del espécimen: Base sobre la que se encuentra la platina. |
| 3. Tubo de observación binocular. | |

6. Puente giratorio: Contiene el **objetivo** (lentes de aumento). En total son 4 lentes con aumento de 5x, 10x, 50x y 100x.
7. Control de movimiento en Y: Posiciona el portador del espécimen en el eje Y
8. Control de movimiento en X: Posiciona el portador del espécimen en el eje X
9. Perilla de ajuste fino: Ajuste de imagen fino.
10. Perilla de ajuste grueso: Ajuste de imagen grueso (8).

3.2 PULIDORA

La pulidora es utilizada para dar el acabado final a la superficie objeto de estudio, haciendo uso de lijas y paños especializados. Las partes de la pulidora son:



Figura 9: Pulidora de doble disco (BSPIL-MET-IND-01021).

1. Discos **de:** Sobre ellos se arreglan los paños para realizar el pulimento.
2. Arandelas **de:** Su función es proteger los alrededores de los discos.
3. Tubo de desagüe.
4. Interruptor: Controla el paso de agua por la manguera de refrigeración.
5. Manguera de refrigeración.
6. Perilla: Controla la velocidad angular en los discos.
7. Interruptor de encendido.

4. DESARROLLO DE LA PRÁCTICA

Se tomarán **probetas** de acero de diámetro aproximado $1\frac{1}{4}$ pulg, las cuales ya han sido pre-pulidas con lijas de varios calibres.



Figura 10: Probetas de acero de diámetro $1\frac{1}{4}$ pulg.

El pulimento con **lijas** se realiza utilizando lijas de diferentes calibres. El calibre en una lija se refiere al tamaño de grano en las partículas que conforman la misma, el número en convenciones es más alto si la lija es más fina. Para pulir con lijas se realiza

un movimiento en una sola dirección, la lija es puesta sobre una superficie plana, se humedece con agua y la superficie de la probeta se frota contra la misma, una vez el rayado de la superficie se encuentre en la dirección del pulido, se rota la probeta 90°, se reemplaza la lija por una de mayor calibre y se repite el proceso. Las lijas usadas para el pre-pulido son: 80, 160, 220, 320, 400, 600 y en algunos casos 1000. Adicionalmente lijas de calibres mayores a 320 pueden ser acopladas en la pulidora, para un mejor acabado. Para mayor mejor comprensión sobre el proceso de pulido visitar: <http://www.youtube.com/watch?v=QGszTEj0AzM>

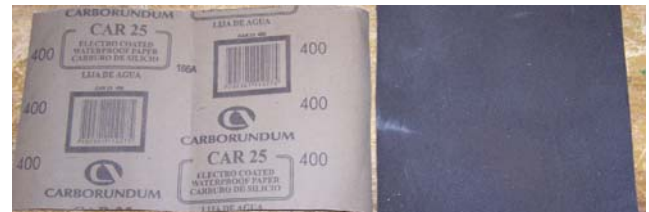


Figura 11: Lija calibre 400.

1. Se realizará un pulido final con **paños** de alúmina. Para ello colocar la probeta sobre el disco indicado por el profesor en la práctica, tener en cuenta que se debe sostener firmemente la muestra pues la pulidora gira a una gran velocidad. Se debe girar la probeta **cada**

Figura 12: Paños XXX en pulidora de doble disco.

2. Se procede a realizar el ataque químico con Nital al 2%, sumergiendo la probeta durante **XX** segundos y posteriormente se realiza un **enjuague** para evitar la oxidación.

Figura 13: Probeta en (nombre del químico).

3. La probeta ahora es llevada al microscopio, se procede primero a enfocar la imagen por medio de las perillas de ajuste. Una vez la imagen sea clara para el estudio, se realiza una análisis de la microestructura presente en la superficie.

Figura 14: (Imagen tomada por el microscopio)

2. FORMATO PARA LA TOMA DE DATOS

FECHA: _____

NOMBRE: _____

CARNÉ: _____

TIPO DE MATERIAL: _____

ESTADO PROBETA (RECOCIDO, TEMPLE, SIN TRATAMIENTO): _____

AUMENTO: _____

ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL

MICROESTRUCTURAS ENCONTRADAS:

TAMAÑO DE GRANO:

PORCENTAJE DE FASES:

OBSERVACIONES ADICIONALES:

CONCLUSIONES

BIBLIOGRAFÍA

- (1) ASM International, 2004. *ASM HANDBOOK VOLUME 9 Metallography and Microstructures*. 10^a ed. USA: ASM Handbook Committee.
- (2) Askeland, D.R. & Phulé, P.P., 2004. *Ciencia e ingeniería de los materiales*. 4^a ed. International Thompson editores, S.A.
- (3) Callister, W.D., 2007. *Materials science and engineering: an introduction*. 7^a ed. USA: Jhon Wiley & Sons, Inc.
- (4) Diccionario esencial de la Real Academia Española, 1997. 2^a ed. Madrid: ESPASA.
- (5) O'Flaherty, S. & Edwards, J., 2011. Digital imaging: A Powerful Quality Tool for Materials Analysis. *ADVANCE MATERIALS & PROCESSES*, 169(2), pp.20.
- (6) Bramfitt, B.L. & Bencoter, A.O., 2002. *Metallographer's guide: practices and procedures for irons and steels*. ASM International.
- (7) *GX41.en-2* [online]. De: <http://www.olympus-ims.com/en/microscope/gx41/> [Acceso 2 Julio 2011].
- (8) Instruction manual. *Intructions GX41 Compact Inverted Metallurgical Microscope*. OLYMPUS.